

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-057311

(43)Date of publication of application : 05.03.1996

(51)Int.Cl.

B01J 20/26

A61F 13/46

A61L 15/60

B01J 20/24

B01J 20/28

(21)Application number : 07-145012

(71)Applicant : NIPPON SHOKUBAI CO LTD

(22)Date of filing : 12.06.1995

(72)Inventor : WADA KATSUYUKI
NAGASUNA KINYA
FUJINO SHINICHI
MASUDA YOSHIHIKO

(30)Priority

Priority number : 06130385

Priority date : 13.06.1994

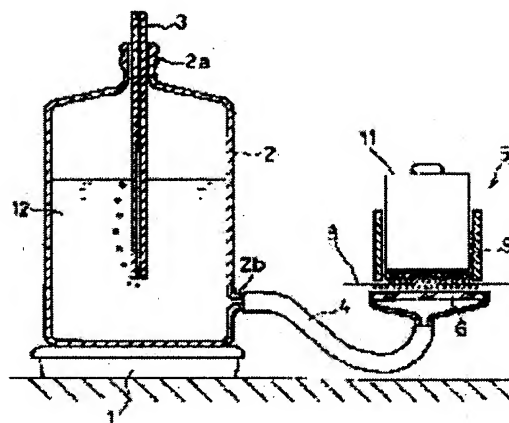
Priority country : JP

(54) **ABSORBING MATERIAL AND ABSORBING ARTICLE CONTAINING THE SAME**

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the absorbing material in which high liquid dispersibility and high water absorption can always be maintained even when the concn. of a water-absorbing resin is enhanced by specifying the diffusive absorption multiplying factors and weight of the water-absorbing resin contained in the absorbing material.

CONSTITUTION: This absorbing material contains $\geq 40\text{wt.}\%$ of a water-absorbing resin having $\geq 15\text{g/g}$ and $\geq 25\text{g/g}$ of diffusive absorption multiplying factors after 30 and 60min from the beginning of water absorption respectively. The diffusive absorption multiplying factor of the absorbing material after 30 or 60min from the beginning of absorption is determined by measuring the weight(W3(g)) of a physiological salt water 12 absorbed with the absorbing material during 30 or 60min from the point of time when the absorbing material is placed on the sheet 8, by using a balance 1 and then calculating the diffusive absorption multiplying factor (g/g) of the absorbing material following to the formula, diffusive absorption multiplying factor of absorbing material (g/g)=weightW3(g)/weight(g) of absorbing material. The objective absorbing material also contains hydrophilic fiber, and the amount of the water-absorbing resin to the total amount of the hydrophilic fiber and the water-absorbing resin is $\geq 50\text{wt.}\%$



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

26.12.1996

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-57311

(43) 公開日 平成8年(1996)3月5日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

弁内整理番号

F I

技術表示箇所

B 0 1 J 20/26

D

A 6 1 F 13/46

A 6 1 L 15/60

A 4 1 B 13/ 02

D

A 6 1 F 13/ 18

3 0 7 A

審査請求 未請求 請求項の数7 OL (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平7-145012

(22) 出願日

平成7年(1995)6月12日

(31) 優先権主張番号

特願平6-130385

(32) 優先日

平6(1994)6月13日

(33) 優先権主張国

日本 (J P)

(71) 出願人 000004628

株式会社日本触媒

大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号

(72) 発明者 和田 克之

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒高分子研究所内

(72) 発明者 長砂 欣也

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒高分子研究所内

(72) 発明者 藤野 眞一

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒高分子研究所内

(74) 代理人 弁理士 原 謙三

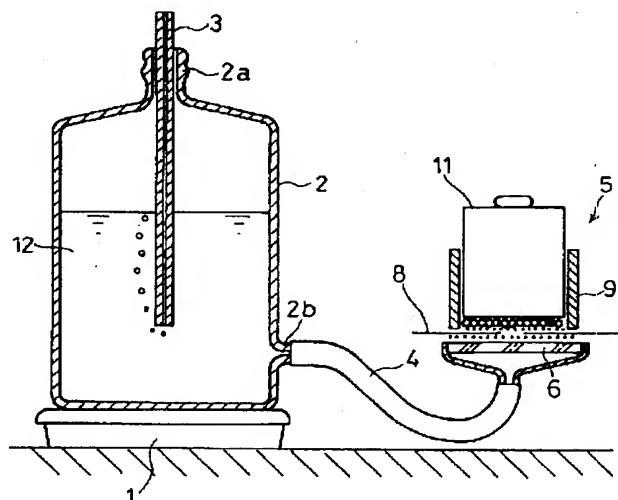
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 吸収体および吸収性物品

(57) 【要約】

【構成】 吸収体は、吸収開始から60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上である吸水性樹脂を40重量%以上含む。上記の吸水性樹脂は、或る特定の吸水性樹脂前駆体を合成し、この吸水性樹脂前駆体を特定の表面架橋剤の存在下に加熱処理する、という製造方法により得られる。上記の拡散吸収倍率は、図1に示す測定装置を用いて測定される。吸収性物品は、上記の吸収体を含む吸収層を、透液性を有するシートと、不透液性を有するシートとで挟持してなる。

【効果】 吸水性樹脂の使用量が多い場合や、吸収体における樹脂濃度が高い場合においても、非常に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能（吸水特性）を示す吸収体および吸収性物品を提供することができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 吸収開始から60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上である吸水性樹脂を40重量%以上含むことを特徴とする吸収体。

【請求項2】 上記吸水性樹脂の吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であることを特徴とする請求項1記載の吸収体。

【請求項3】 親水性繊維を含み、吸水性樹脂と該親水性繊維との合計量に対する吸水性樹脂の量が50重量%以上であることを特徴とする請求項1または2記載の吸収体。

【請求項4】 上記請求項1ないし3の何れか1項に記載の吸収体を含む吸収層を、透液性を有するシートと、不透液性を有するシートとで挟持してなることを特徴とする吸収性物品。

【請求項5】 吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上であることを特徴とする吸水性樹脂。

【請求項6】 吸収開始から20分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が30 g/g以上であることを特徴とする吸水性樹脂。

【請求項7】 平均粒径が200 μ m～600 μ mの範囲内で、粒径が106 μ m未満の粒子の割合が10重量%以下の、カルボキシル基を有する吸水性樹脂前駆体を、該カルボキシル基と反応可能な、溶解度パラメータが $12.5(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上の第一表面架橋剤、および、溶解度パラメータが $12.5(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 未満の第二表面架橋剤の存在下、160℃以上で加熱処理することを特徴とする吸水性樹脂の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、例えば、紙オムツ（使い捨てオムツ）や生理用ナプキン、いわゆる失禁パット等の衛生材料に好適に用いられる吸収体、および、吸収性物品に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、紙オムツや生理用ナプキン、いわゆる失禁パット等の衛生材料には、その構成材として、体液を吸収させることを目的とする吸水性樹脂が幅広く利用されている。

【0003】 上記の吸水性樹脂としては、例えば、ポリアクリル酸部分中和物架橋体（特開昭55-84304号公報、特開昭 55-108407号公報、特開昭 55-133413号公報）、澱粉-アクリロニトリルグラフト重合体の加水分解物（特開昭46-43995号公報）、澱粉-アクリル酸グラフト重合体の中和物（特開昭 51-125468号公報）、酢酸ビニル-アクリル酸エステル共重合体のケン化物（特開昭52-14689号公報）、アクリロニトリル共重合体若しくはアクリルアミド共重合体の加水分解物（特開昭53-15959号公報）またはこれらの架橋体、カチオン性モノマーの架

橋体（特開昭 58-154709号公報、特開昭 58-154710号公報）等が知られている。

【0004】 上記の吸水性樹脂が備えるべき特性としては、体液等の水性液体に接した際の優れた吸水量や吸水速度、ゲル強度、水性液体を含んだ基材から水を吸い上げる吸引力等が挙げられる。そして、従来より、これら特性を複数併せ持ち、紙オムツや生理用ナプキン等の衛生材料に用いられた場合に、優れた性能（吸水特性）を示す吸水性樹脂、または、該吸水性樹脂を用いた吸収体や吸収性物品が種々提案されている。

【0005】 上記従来の吸水性樹脂、或いは吸水性樹脂を用いた吸収体や吸収性物品としては、例えば、特定のゲル容量や剪断弾性率、抽出性重合体含量を組み合わせた吸水性樹脂（米国特許第 4,654,039号）、吸水量や吸水速度、ゲル強度を特定した吸水性樹脂、および、該吸水性樹脂を用いた紙オムツや生理用ナプキン（特開昭60-185550号公報、特開昭 60-185551号公報、特開昭 60-185804号公報）、特定の吸水量や吸水速度、ゲル安定性を有する吸水性樹脂を用いた紙オムツ（特開昭60-185805号公報）、吸水量や吸引力、水可溶成分量を特定した吸水性樹脂を配した吸水性物品（特開昭63-21902号公報）、吸水量や加圧下の吸水量、ゲル破壊強度を特定した吸水性樹脂を含有する吸水性衛生用品（特開昭63-99861号公報）、吸水量や加圧下の吸水速度を特定した吸水性樹脂を含有する紙オムツ（特開平2-34167号公報）、加圧下の吸水量や、その粒径を特定した吸水性樹脂を含有する吸水剤（欧州特許第 339,461号）、吸水速度や短時間での加圧下の吸水量を特定した吸水性樹脂を特定量以上含有する吸水剤（欧州特許第 443,627号）、負荷時の変形や吸い上げ指数を特定した吸水性樹脂を特定量以上含有する吸水性複合材料（欧州特許第 532,002号）等が知られている。

【0006】 一方、近年、紙オムツや生理用ナプキン等の衛生材料は、高機能化かつ薄型化が進み、衛生材料一枚当たりの吸水性樹脂の使用量、または、主に吸水性樹脂と親水性繊維とからなる吸収体における吸水性樹脂の重量%（以下、樹脂濃度と称する）が増える傾向にある。つまり、かさ比重の小さい親水性繊維を少なくし、吸水性に優れ、かつ、かさ比重の大きい吸水性樹脂を多くすることにより、吸収体における吸水性樹脂の比率を高め、これにより吸水量を低下させることなく衛生材料の薄型化を図っている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、本願発明者等が、衛生材料の吸水量を増加させるために、例えば吸収体における樹脂濃度を増加させるべく種々検討した結果、従来よりも樹脂濃度を高くした吸収体を用い、かつ、衛生材料からの水性液体の漏れ等の不都合を防止するには、上述した吸水量や吸水速度、ゲル強度、吸引力等の特性を制御するだけでは不十分であることが見い

出された。例えば、近年、特に注目されている、加圧下の吸水量のみが非常に大きい吸水性樹脂においては、樹脂濃度を高くすると、吸収体での液拡散性が極端に低下する現象等が生じるという問題点を有している。

【0008】また、本願発明者等は、従来よりも樹脂濃度を高くした吸収体の吸水特性に着目して種々検討した結果、公知の吸水性樹脂と親水性繊維とを混合した混合物を吸収体として用いると、樹脂濃度が低い場合には一定レベルの吸水特性を示すものの、樹脂濃度が40重量%を越えると液拡散性が急激に低下し、吸収体の単位重量当たりの吸水量が低下することを見出した。即ち、公知の吸水性樹脂と親水性繊維とを混合した混合物を吸収体として用いると、上記の問題点が生じることとなる。

【0009】従って、本発明の目的は、上述した問題点を解決し、例えば、衛生材料等に用いた場合に、吸水性樹脂の樹脂濃度を高くしても、常に非常に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能（吸水特性）を示すことができる吸水性樹脂、吸収体、および、吸収性物品を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】本願発明者等は、上記目的を達成すべく、吸水性樹脂、吸収体および吸収性物品について鋭意検討した結果、或る特定の吸水性樹脂前駆体を合成し、この吸水性樹脂前駆体を特定の表面架橋剤の存在下に加熱処理する、という製造方法により得られる吸水性樹脂、つまり、該吸水性樹脂を含む吸収体および吸収性物品が、上記従来の吸水性樹脂が備えていない優れた性能（吸水特性）、即ち、吸水性樹脂の使用量が多い場合や、樹脂濃度が高い場合においても、非常に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能を備えていることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0011】即ち、請求項1記載の発明の吸収体は、上記の課題を解決するために、吸収開始から60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上である吸水性樹脂を40重量%以上含むことを特徴としている。

【0012】請求項2記載の発明の吸収体は、上記の課題を解決するために、請求項1記載の吸収体において、上記吸水性樹脂の吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であることを特徴としている。

【0013】請求項3記載の発明の吸収体は、上記の課題を解決するために、請求項1または2記載の吸収体において、親水性繊維を含み、吸水性樹脂と該親水性繊維との合計量に対する吸水性樹脂の量が50重量%以上であることを特徴としている。

【0014】請求項4記載の発明の吸収性物品は、上記の課題を解決するために、上記請求項1ないし3の何れか1項に記載の吸収体を含む吸収層を、透液性を有するシートと、不透液性を有するシートとで挟持してなることを特徴としている。

【0015】請求項5記載の発明の吸水性樹脂は、上記

の課題を解決するために、吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上であることを特徴としている。

【0016】請求項6記載の発明の吸水性樹脂は、上記の課題を解決するために、吸収開始から20分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が30 g/g以上であることを特徴としている。

【0017】請求項7記載の発明の吸水性樹脂の製造方法は、上記の課題を解決するために、平均粒径が200 μ m ~ 600 μ m の範囲内で、粒径が106 μ m未満の粒子の割合が10重量%以下の、カルボキシル基を有する吸水性樹脂前駆体を、該カルボキシル基と反応可能な、溶解度パラメータが12.5 (cal/cm³)^{1/2} 以上の第一表面架橋剤、および、溶解度パラメータが12.5 (cal/cm³)^{1/2} 未満の第二表面架橋剤の存在下、160℃以上で加熱処理することとを特徴としている。

【0018】以下に本発明を詳しく説明する。本発明における拡散吸収倍率とは、吸水性樹脂の坪量が高く、かつ、外力によって樹脂粒子同士が密着している状態における水性液体の拡散力を加味した、吸収体の吸水量を評価するための新規な物性値である。上記の拡散吸収倍率は、所定条件下での測定における、吸収開始から所定時間後、例えば60分後の測定値から算出される。尚、拡散吸収倍率の測定方法については、後段の実施例にて詳述する。

【0019】拡散吸収倍率により、吸水性樹脂の新たな特性を評価することができる。即ち、この拡散吸収倍率により、吸水性樹脂が水性液体を樹脂層方向（以下、横方向と称する）にどの程度均一に素早く拡散させることができるか、また、吸水性樹脂全体として実際にどの程度の吸水量を備えているかを評価することができる。水性液体の横方向への液拡散性（液拡散能力および液伝達能力）は、水性液体を多量に吸収する上において、特に重要な因子である。そして、上記評価の結果から、例えば、主に吸水性樹脂と親水性繊維とからなる吸収体、特に、吸水性樹脂の重量%（以下、樹脂濃度と称する）が高い吸収体における吸水性樹脂の吸水挙動を容易に予測することができる。尚、吸収体の構成については後述する。

【0020】尚、上述した先行出願には、加圧下の吸水量を評価している文献が多数見受けられる。しかしながら、該吸水量の従来の評価は、樹脂層方向と直交する方向（以下、縦方向と称する）についてのみ行われている。このため、水性液体が横方向にどの程度均一に素早く拡散するかについては、殆ど評価されていない。従って、上記従来の評価の結果からは、例えば樹脂濃度が高い吸収体を用いた紙オムツ等における、該吸収体の吸水挙動を正確に予測することができない。

【0021】本発明の吸収体は、吸収開始から60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上である吸水性樹脂を40重量%

以上、より好ましくは50重量%以上、さらに好ましくは60重量%以上、最も好ましくは70重量%以上含んでいる。吸収開始から60分後の拡散吸収倍率が25 g/g未満の吸水性樹脂は、樹脂濃度を高くした（高濃度の）吸収体における横方向の液拡散性が劣り、吸収体の吸収容量が小さくなる。吸収開始から60分後の拡散吸収倍率は、28 g/g以上がより好ましく、30 g/g以上がさらに好ましく、32 g/g以上が最も好ましい。また、拡散吸収倍率が25 g/g以上の吸水性樹脂を含んでいても、その割合が40重量%未満の吸収体は、その効果が顕著に現れ難い場合がある。本発明においては、拡散吸収倍率は、所定条件下での測定における、吸収開始から所定時間後の測定値で定義されるが、上記の拡散吸収倍率に加えて、さらに、吸収開始から20分後または30分後の測定値から算出される拡散吸収倍率が15 g/g以上の吸水性樹脂がより好ましい。

【0022】即ち、吸水性樹脂は、吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上であることがより好ましく、吸収開始から20分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上であることがさらに好ましく、吸収開始から20分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が28 g/g以上であることが一層好ましく、吸収開始から20分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が30 g/g以上であることが最も好ましい。吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15 g/g未満の吸水性樹脂は、横方向の液拡散性が劣り、吸収体の吸収力の低下を招く場合がある。

【0023】本発明の吸収体は、吸水性樹脂の他に、必要に応じて親水性繊維を含んでいてもよい。そして、吸収体が例えば吸水性樹脂と親水性繊維とからなる場合には、吸収体の構成としては、例えば、吸水性樹脂と親水性繊維とを均一に混合した構成、層状に形成した親水性繊維間に吸水性樹脂を挟持した構成、吸水性樹脂と親水性繊維とを均一に混合して層状に形成し、この上に、層状に形成した親水性繊維を積層した構成、吸水性樹脂と親水性繊維とを均一に混合して層状に形成し、これと、層状に形成した親水性繊維との間に吸水性樹脂を挟持した構成等が挙げられる。さらに、吸収体は、吸水性樹脂に対して特定量の水を配合することによって該吸水性樹脂をシート状に形成してなる構成であってもよい。尚、吸収体の構成は、上記例示の構成に限定されるものではない。

【0024】上記の親水性繊維としては、例えば、木材から得られるメカニカルパルプやケミカルパルプ、セミケミカルパルプ、溶解パルプ等のセルロース繊維、レーヨン、アセテート等の人工セルロース繊維等が挙げられる。上記例示の繊維のうち、セルロース繊維が好ましい。また、親水性繊維は、ポリアミドやポリエステル、

ポリオレフィン等の合成繊維を含有していてもよい。尚、親水性繊維は、上記例示の繊維に限定されるものではない。

【0025】上記例示の構成のうち、吸収体における吸水性樹脂の割合が40重量%以上となるように該吸水性樹脂と親水性繊維とを均一に混合した構成がより好ましく、吸水性樹脂と親水性繊維との合計量に対する吸水性樹脂の量が50重量%以上、好ましくは60重量%以上、さらに好ましくは70重量%以上となるように、これら吸水性樹脂と親水性繊維とを均一に混合した構成がさらに好ましい。これら構成とすることにより、吸収体は、その吸水特性を充分に発揮することができる。尚、該吸収体における樹脂濃度が高ければ高いほど、本発明の吸収体の特性は顕著に現れる。

【0026】また、吸収体における親水性繊維の割合が比較的小さい場合には、接着性バインダーを用いて吸収体、つまり、親水性繊維同士を接着させてもよい。親水性繊維同士を接着させることにより、吸収体の使用前や使用中における該吸収体の強度や保形性を高めることができる。

【0027】上記の接着性バインダーとしては、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-プロピレン共重合体、1-ブテン-エチレン共重合体等のポリオレフィン繊維等の熱融着繊維や接着性を有するエマルジョン等が例示できる。これら接着性バインダーは、単独で用いてもよく、また、2種類以上を混合して用いてもよい。親水性繊維と接着性バインダーとの重量比は、50/50~99/1の範囲内が好ましく、70/30~95/5の範囲内がより好ましく、80/20~95/5の範囲内がさらに好ましい。

【0028】本発明にかかる吸水性樹脂は、或る特定の吸水性樹脂前駆体を合成し、この吸水性樹脂前駆体を特定の表面架橋剤の存在下に加熱処理する、という製造方法により得られる。上記の吸水性樹脂前駆体は、平均粒径が200 μ m~600 μ mの範囲内で、しかも、粒径が106 μ m未満の粒子の割合が10重量%以下であり、かつ、多量の水を吸収することによりヒドロゲルを形成するカルボキシル基を有する樹脂である。吸水性樹脂前駆体は、例えば、水溶液重合により合成される。該吸水性樹脂前駆体としては、具体的には、例えば、ポリアクリル酸部分中和物架橋体、澱粉-アクリロニトリルグラフト重合体の加水分解物、澱粉-アクリル酸グラフト重合体の中和物、酢酸ビニル-アクリル酸エステル共重合体のケン化物、アクリロニトリル共重合体若しくはアクリルアミド共重合体の加水分解物またはこれらの架橋体、カルボキシル基含有架橋ポリビニルアルコール変性物、架橋イソブチレン-無水マレイン酸共重合体等が挙げられる。

【0029】上記の吸水性樹脂前駆体は、例えば、（メタ）アクリル酸、マレイン酸、無水マレイン酸、フマル

酸、クロトン酸、イタコン酸、 β -アクリロイルオキシプロピオン酸等の不飽和カルボン酸またはこれらの中和物から選ばれる1種類以上の単量体を重合若しくは共重合させた後、該重合体に対して必要により粉碎・分級等の操作を行い、上記の平均粒径に調整することにより得られる。上記単量体のうち、(メタ)アクリル酸およびこれらの中和物がより好ましい。

【0030】さらに、吸水性樹脂前駆体は、上記単量体と、該単量体と共重合可能な別の単量体との共重合体であってもよい。上記別の単量体としては、具体的には、例えば、ビニルスルホン酸、スチレンスルホン酸、2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、2-(メタ)アクリロイルエタンスルホン酸、2-(メタ)アクリロイルプロパンスルホン酸等のアニオン性不飽和単量体およびその塩；アクリルアミド、メタアクリルアミド、N-エチル(メタ)アクリルアミド、N-n-プロピル(メタ)アクリルアミド、N-イソプロピル(メタ)アクリルアミド、N,N-ジメチル(メタ)アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート、ビニルピリジン、N-ビニルピロリドン、N-アクリロイルピペリジン、N-アクリロイルピロリジン等のノニオン性の親水基含有不飽和単量体；N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド、および、これらの四級塩等のカチオン性不飽和単量体等が挙げられる。

【0031】吸水性樹脂前駆体におけるカルボキシル基の含有量は、特に限定されるものではないが、吸水性樹脂前駆体100g当たり、0.01当量以上のカルボキシル基が存在していることが好ましい。また、吸水性樹脂前駆体が例えばポリアクリル酸部分中和物架橋体である場合には、該架橋体におけるポリアクリル酸未中和物の割合は、1モル%~60モル%の範囲内が望ましく、10モル%~50モル%の範囲内がより望ましい。

【0032】吸水性樹脂前駆体は、複数の重合性不飽和基や、複数の反応性基を有する架橋剤と反応または共重合させることにより、その内部が架橋されていることが好ましい。また、吸水性樹脂前駆体は、架橋剤を必要としない自己架橋型であってもよい。上記の架橋剤としては、具体的には、例えば、N,N'-メチレンビス(メタ)アクリルアミド、(ポリ)エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、(ポリ)プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパンジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、グリセリントリ(メタ)アクリ

レート、グリセリンアクリレートメタクリレート、エチレンオキシド変性トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、トリアリルホスフェート、トリアリルアミン、ポリ(メタ)アリロキシアルカン、(ポリ)エチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールジグリシジルエーテル、エチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、エチレンジアミン、ポリエチレンイミン、グリシジル(メタ)アクリレート等が挙げられる。これら架橋剤は、単独で用いてもよく、また、2種類以上を混合して用いてもよい。上記例示の化合物のうち、複数の重合性不飽和基を有する化合物を架橋剤として用いることがより好ましい。

【0033】架橋剤の使用量は、上記単量体の合計量に対して0.005モル%~2モル%の範囲内が好ましく、0.05モル%~1モル%の範囲内がより好ましい。架橋剤の使用量が0.005モル%よりも少ない場合、並びに、2モル%よりも多い場合には、吸水性樹脂の拡散吸収倍率が低下するので好ましくない。

【0034】また、上記重合反応における重合開始時には、例えば、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、t-ブチルハイドロパーオキシド、過酸化水素、2,2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩等のラジカル重合開始剤、或いは、紫外線や電子線等の活性エネルギー線等を用いることができる。また、酸化性ラジカル重合開始剤を用いる場合には、例えば、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸水素ナトリウム、硫酸第一鉄、L-アスコルビン酸等の還元剤を併用してレドックス重合を行っても良い。これら重合開始剤の使用量は、0.001モル%~2モル%の範囲内が好ましく、0.01モル%~0.5モル%の範囲内がより好ましい。

【0035】上記の吸水性樹脂前駆体は、その拡散吸収倍率が本発明における好ましい範囲を満たしていない。このため、特定の表面架橋剤を用いることにより、該吸水性樹脂前駆体の表面近傍の架橋密度を内部よりも高くする必要がある。つまり、吸水性樹脂前駆体の表面近傍を特定の表面架橋剤を用いて架橋させることにより、本発明にかかる吸水性樹脂が得られる。

【0036】即ち、本発明にかかる吸水性樹脂は、前記した水溶液重合によって得られる吸水性樹脂前駆体、即ち、平均粒径が200 μ m~600 μ mの範囲内で、しかも、粒径が106 μ m未満の粒子の割合が10重量%以下となるように分級等の操作により調整した後、該吸水性樹脂前駆体を溶解度パラメータ範囲が互いに異なる2種類以上の表面架橋剤の存在下に加熱処理することにより得られる。上記吸水性樹脂、つまり、吸水性樹脂前駆体は、所定形状に造粒されていてもよく、また、球状、鱗

片状、不定形破砕状、顆粒状等の種々の形状であってもよい。さらに、吸水性樹脂前駆体は、1次粒子であってもよく、また、1次粒子の造粒体であってもよい。尚、平均粒径が $200\mu\text{m} \sim 600\mu\text{m}$ の範囲外である場合や、粒径が $106\mu\text{m}$ 未満の粒子の割合が10重量%を超える場合には、拡散吸収倍率等の性能に優れた吸水性樹脂を得ることができないおそれがある。

【0037】上記の表面架橋剤は、溶解度パラメータ (SP値) が互いに異なる第一表面架橋剤および第二表面架橋剤を組み合わせる。尚、上記の溶解度パラメータとは、化合物の極性を表すファクターとして一般に用いられる値である。本発明においては、上記の溶解度パラメータに対して、ポリマーハンドブック第3版 (WILEY INTERSCIENCE社発行) 527頁～539頁に記載されている溶媒の溶解度パラメータ $\delta(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$ の値を適用することとする。また、上記の頁に記載されていない溶媒の溶解度パラメータに関しては、該ポリマーハンドブックの524頁に記載されているSmallの式に、同525頁に記載されているHoyの凝集エネルギー定数を代入して導かれる値を適用することとする。

【0038】上記の第一表面架橋剤は、カルボキシル基と反応可能な、溶解度パラメータが $12.5(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上の化合物が好ましく、 $13.0(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 以上の化合物がより好ましい。上記の第一表面架橋剤としては、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、ソルビトール、エチレンカーボネート (1, 3-ジオキソラン-2-オン)、プロピレンカーボネート (4-メチル-1, 3-ジオキソラン-2-オン) 等が挙げられるが、これら化合物に

限定されるものではない。これら第一表面架橋剤は、単独で用いてもよく、また、2種類以上を混合して用いてもよい。

【0039】上記の第二表面架橋剤は、カルボキシル基と反応可能な、溶解度パラメータが $12.5(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$ 未満の化合物が好ましく、 $9.5(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2} \sim 12.0(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$ の範囲内の化合物がより好ましい。上記の第二表面架橋剤としては、例えば、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、2, 4-ペンタンジオール、1, 6-ヘキサジオール、2, 5-ヘキサジオール、トリメチロールプロパン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、エチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールポリグリシジルエーテル、ジグリセロールポリグリシジルエーテル、ポリグリセロールポリグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、ポリプロピレングリコールジグリシジルエーテル、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、ト

リエチレンテトラミン、2, 4-トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、4, 5-ジメチル-1, 3-ジオキソラン-2-オン、エピクロロヒドリン、エビプロモヒドリン等が挙げられるが、これら化合物に限定されるものではない。これら第二表面架橋剤は、単独で用いてもよく、また、2種類以上を混合して用いてもよい。

【0040】本発明では、表面架橋剤として、上記第一表面架橋剤の群より選ばれる1種類または2種類以上の化合物、および、上記第二表面架橋剤の群より選ばれる1種類または2種類以上の化合物を合わせて用いることが必要である。1種類または2種類以上の第一表面架橋剤のみを用いた場合、或いは、1種類または2種類以上の第二表面架橋剤のみを用いた場合は、拡散吸収倍率等の性能に優れた吸水性樹脂を得ることができないおそれがある。

【0041】表面架橋剤の使用量は、用いる化合物やそれらの組み合わせ等にもよるが、吸水性樹脂前駆体の固形分100重量部に対して、第一表面架橋剤の使用量が0.01重量部～5重量部、第二表面架橋剤の使用量が0.001重量部～1重量部の範囲内が好ましく、第一表面架橋剤の使用量が0.1重量部～2重量部、第二表面架橋剤の使用量が0.005重量部～0.5重量部の範囲内がより好ましい。上記の表面架橋剤を用いることにより、吸水性樹脂前駆体、つまり、吸水性樹脂の表面近傍の架橋密度を内部よりも高くすることができる。表面架橋剤の使用量が10重量部を超える場合には、不経済となるばかりか、吸水性樹脂における最適な架橋構造を形成する上で、表面架橋剤の量が過剰となるため、好ましくない。また、表面架橋剤の使用量が0.001重量部未満の場合には、吸水性樹脂における拡散吸収倍率等の性能を向上させる上で、その改良効果が得られ難いため、好ましくない。

【0042】吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを混合する際には、溶媒として水を用いることが好ましい。水の使用量は、吸水性樹脂前駆体の種類や粒径等にもよるが、吸水性樹脂前駆体の固形分100重量部に対して、0を越え、20重量部以下が好ましく、0.5重量部～10重量部の範囲内がより好ましい。

【0043】また、吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを混合する際には、必要に応じて、溶媒として親水性有機溶媒を用いてもよい。上記の親水性有機溶媒としては、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコール、イソブチルアルコール、t-ブチルアルコール等の低級アルコール類；アセトン等のケトン類；ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル類；N, N-ジメチルホルムアミド等のアミド類；ジメチルスルホキシド等のスルホキシド類等が挙げられる。親水性有機溶媒の使用量は、吸水性樹脂前駆体の種類や粒径等にもよるが、吸水性樹脂前駆体の固形分100重量部に対し

て、20重量部以下が好ましく、0.1重量部～10重量部の範囲内がより好ましい。

【0044】そして、吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを混合する際には、例えば、上記の親水性有機溶媒中に吸水性樹脂前駆体を分散させた後、表面架橋剤を混合してもよいが、混合方法は、特に限定されるものではない。種々の混合方法のうち、必要に応じて水および／または親水性有機溶媒に溶解させた表面架橋剤を、吸水性樹脂前駆体に直接、噴霧若しくは滴下して混合する方法が好ましい。また、水を用いて混合する場合には、水に不溶な微粒子状の粉体や、界面活性剤等を共存させてもよい。

【0045】吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを混合する際に用いられる混合装置は、両者を均一かつ確実に混合するために、大きな混合力を備えていることが好ましい。上記の混合装置としては、例えば、円筒型混合機、二重壁円錐型混合機、V字型混合機、リボン型混合機、スクリー型混合機、流動型炉ロータリーデスク型混合機、気流型混合機、双腕型ニーダー、内部混合機、粉碎型ニーダー、回転式混合機、スクリー型押出機等が好適である。

【0046】吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを混合した後、加熱処理を行い、吸水性樹脂前駆体の表面近傍を架橋させる。上記加熱処理の処理温度は、用いる表面架橋剤にもよるが、160℃以上、250℃以下が好ましい。処理温度が160℃未満の場合には、均一な架橋構造が形成されず、従って、拡散吸収倍率等の性能に優れた吸水性樹脂を得ることができないため、好ましくない。処理温度が250℃を越える場合には、吸水性樹脂前駆体の劣化を引き起こし、吸水性樹脂の性能が低下するため、好ましくない。

【0047】上記の加熱処理は、通常の乾燥機または加熱炉を用いて行うことができる。上記の乾燥機としては、例えば、溝型混合乾燥機、ロータリー乾燥機、デスク乾燥機、流動層乾燥機、気流型乾燥機、赤外線乾燥機等が挙げられる。

【0048】以上の製造方法により得られる吸水性樹脂は、吸収開始から30分後の拡散吸収倍率が15 g/g以上であり、かつ、60分後の拡散吸収倍率が25 g/g以上である。また、本発明の吸収体は、上記の吸水性樹脂を40重量%以上含んでなっている。このため、吸収体は、上述したような優れた吸水特性を備えている。従って、吸収体は、例えば、吸収性物品に用いた場合に、吸水性樹脂の使用量が多い場合や、吸収体における樹脂濃度が高い場合においても、非常に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能（吸水特性）を示すことができる。

【0049】本発明にかかる吸水性樹脂を用いた吸収体が非常に優れた拡散吸収倍率等の性能を示す原因は定かではないが、該吸収体中での水性液体の液拡散および液

伝達が、従来の吸収体においては、親水性繊維の毛細管現象によってなされているのに対し、本発明にかかる吸収体においては、特定の表面架橋方法を行うことにより得られる優れた拡散吸収倍率を有する吸水性樹脂が備える高度な液拡散性（液拡散能力および液伝達能力）が吸収体中でも充分に発揮されるためと推測される。

【0050】また、本発明にかかる吸収性物品は、上記構成の吸収体を含む吸収層を、透液性を有するシートと、不透液性を有するシートとで挟持してなる。そして、該吸収性物品は、上記構成の吸収体を含む吸収層を有してなるので、上述したような優れた吸水特性を備えている。吸収性物品としては、具体的には、例えば、紙オムツや生理用ナプキン、いわゆる失禁パット等の衛生材料等が挙げられるが、特に限定されるものではない。吸収性物品は優れた吸水特性を備えているので、例えば該吸収性物品が紙オムツである場合には、尿の漏れを防止することができると共に、いわゆるドライ感を付与することができる。

【0051】上記の透液性を有するシート（以下、液透過性シートと称する）は、水性液体を透過する性質を備えた材料からなっている。液透過性シートの材料としては、例えば、不織布、織布；ポリエチレンやポリプロピレン、ポリエステル、ポリアミド等からなる多孔質の合成樹脂フィルム等が挙げられる。上記の不透液性を有するシート（以下、液不透過性シートと称する）は、水性液体を透過しない性質を備えた材料からなっている。液不透過性シートの材料としては、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレンビニルアセテート、ポリ塩化ビニル等からなる合成樹脂フィルム；これら合成樹脂と不織布との複合材からなるフィルム；上記合成樹脂と織布との複合材からなるフィルム等が挙げられる。尚、液不透過性シートは、蒸気を透過する性質を備えていてもよい。

【0052】吸収層の構成は、特に限定されるものではなく、上記の吸収体を有していればよい。また、吸収層の製造方法は、特に限定されるものではない。さらに、液透過性シートと液不透過性シートとで吸収層を挟持する方法、即ち、吸収性物品の製造方法は、特に限定されるものではない。

【0053】尚、上記の吸収体にさらに消臭剤、香料、各種の無機粉末、発泡剤、顔料、染料、親水性短繊維、肥料、酸化剤、還元剤、水、塩類等を添加し、これにより、吸収体または吸収性物品に種々の機能を付与させてもよい。

【0054】

【作用】以上のように、上記構成の吸水性樹脂は、非常に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能（吸水特性）を示すことができる。また、上記構成の吸収体は、吸水性樹脂の使用量が多い場合や、吸収体における樹脂濃度が高い場合においても、非常に高い液拡散

性および吸水量を保持する等の優れた性能を示すことができる。上記の吸収体は、例えば、高機能化かつ薄型化が望まれている紙オムツや生理用ナプキン、いわゆる失禁パット等の衛生材料等の吸収性物品に特に好適に用いることができる。これにより、上述した優れた性能を示す吸収性物品を提供することができる。

【 0 0 5 5 】

【実施例】以下、実施例および比較例により、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらにより何ら限定されるものではない。尚、吸水性樹脂および吸収体の諸性能は、以下の方法で測定した。

【 0 0 5 6 】 (a) 吸水倍率

吸水性樹脂 0.2 g を不織布製の袋 (60 mm × 60 mm) に均一に入れ、0.9 重量 % 塩化ナトリウム水溶液 (生理食塩水) 中に浸漬した。60 分後に袋を引き上げ、遠心分離機を用いて 250 G で 3 分間水切りを行った後、袋の重量 W_1 (g) を測定した。また、同様の操作を吸水性樹脂を用いないで行い、そのときの重量 W_0 (g) を測定した。そして、これら重量 W_1 、 W_0 から、次式、
吸水倍率 (g / g) = (重量 W_1 (g) - 重量 W_0 (g)) / 吸水性樹脂の重量 (g)

に従って吸水倍率 (g / g) を算出した。

【 0 0 5 7 】 (b) 拡散吸収倍率

先ず、拡散吸収倍率の測定に用いる測定装置について、図 1 および図 2 を参照しながら、以下に簡単に説明する。

【 0 0 5 8 】図 1 に示すように、測定装置は、天秤 1 と、この天秤 1 上に載置された所定容量の容器 2 と、外気吸入パイプ 3 と、導管 4 と、ガラスフィルタ 6 と、このガラスフィルタ 6 上に載置された測定部 5 とからなっている。上記の容器 2 は、その頂部に開口部 2 a を、その側面部に開口部 2 b をそれぞれ有しており、開口部 2 a に外気吸入パイプ 3 が嵌入される一方、開口部 2 b に導管 4 が取り付けられている。また、容器 2 には、所定量の生理食塩水 1 2 が入っている。外気吸入パイプ 3 の下端部は、生理食塩水 1 2 中に没している。上記のガラスフィルタ 6 は、直径 70 mm に形成されている。そして、容器 2 およびガラスフィルタ 6 は、導管 4 によって互いに連通している。また、ガラスフィルタ 6 は、外気吸入パイプ 3 の下端に対してごく僅かに高い位置に固定されている。

【 0 0 5 9 】図 2 に示すように、上記の測定部 5 は、濾紙 7 と、シート 8 と、支持円筒 9 と、この支持円筒 9 の底部に貼着された金網 1 0 と、重り 1 1 とを有している。そして、測定部 5 は、ガラスフィルタ 6 上に、濾紙 7、シート 8、支持円筒 9 (つまり、金網 1 0) がこの順に載置されると共に、支持円筒 9 内部、即ち、金網 1 0 上に重り 1 1 が載置されてなっている。シート 8 は、ポリエチレンテレフタレート (P E T) からなり、中央部に直径 18 mm の開口部を有する厚さ 0.1 mm のドーナツ状

に形成されている。支持円筒 9 は、内径 60 mm に形成されている。金網 1 0 は、ステンレスからなり、400 メッシュ (目の大きさ 38 μ m) に形成されている。そして、金網 1 0 上に所定量の吸水性樹脂が均一に撒布されるようになっている。重り 1 1 は、金網 1 0、即ち、吸水性樹脂に対して、20 g / cm^2 の荷重を均一に加えることができるように、その重量が調整されている。

【 0 0 6 0 】上記構成の測定装置を用いて拡散吸収倍率を測定した。測定方法について以下に説明する。

【 0 0 6 1 】先ず、容器 2 に所定量の生理食塩水 1 2 を入れる、容器 2 に外気吸入パイプ 3 を嵌入する、等の所定の準備動作を行った。次に、ガラスフィルタ 6 上に濾紙 7 を載置し、この濾紙 7 上にシート 8 を、その開口部がガラスフィルタ 6 の中心部に位置するようにして載置した。一方、これら載置動作に並行して、支持円筒 9 内部、即ち、金網 1 0 上に吸水性樹脂 1.5 g (好ましくは、分級等の操作により、粒径を 300 μ m ~ 500 μ m に予め調整した吸水性樹脂 1.5 g) を均一に撒布し、この吸水性樹脂上に重り 1 1 を載置した。

【 0 0 6 2 】次いで、シート 8 上に、金網 1 0、つまり、吸水性樹脂および重り 1 1 を載置した上記支持円筒 9 を、その中心部がガラスフィルタ 6 の中心部に一致するようにして載置した。

【 0 0 6 3 】そして、シート 8 上に支持円筒 9 を載置した時点から、20 分間、30 分間、或いは、60 分間にわたって吸水性樹脂が吸水した生理食塩水 1 2 の重量 W (g) を、天秤 1 を用いて測定した。尚、図 3 に示すように、生理食塩水 1 2 は、シート 8 の開口部を通過した後、吸水性樹脂の横方向にほぼ均一に拡散しながら、吸水性樹脂に吸水された。

【 0 0 6 4 】そして、上記の重量 W から、次式、
拡散吸収倍率 (g / g) = 重量 W (g) / 吸水性樹脂の重量 (g)

に従って、吸水開始から 20 分後、30 分後、或いは、60 分後の拡散吸収倍率 (g / g) を算出した。

【 0 0 6 5 】 (c) 吸収体の拡散吸収倍率

先ず、吸収体の拡散吸収倍率の測定に用いる測定装置について、図 4 および図 5 を参照しながら、以下に簡単に説明する。尚、説明の便宜上、前記拡散吸収倍率の測定に用いる測定装置と同一の機能を有する構成には、同一の符号を付記し、その説明を省略する。

【 0 0 6 6 】図 4 に示すように、測定装置は、天秤 1 と、容器 2 と、外気吸入パイプ 3 と、導管 4 と、直径 120 mm に形成されたガラスフィルタ 6 と、このガラスフィルタ 6 上に載置された測定部 1 5 とからなっている。図 5 に示すように、上記の測定部 1 5 は、濾紙 7 と、シート 8 と、支持円筒 1 9 と、重り 1 1 とを有している。尚、前記の金網は有していない。

【 0 0 6 7 】測定部 1 5 は、ガラスフィルタ 6 上に、濾紙 7、シート 8、支持円筒 1 9 がこの順に載置されると

共に、支持角筒 19 内部に重り 11 が載置されてなっている。シート 8 は、ポリエチレンテレフタレートからなり、中央部に 12.5mm × 100mm の長方形の開口部を有する厚さ 0.1mm の矩形状に形成されている。支持角筒 19 は、内寸法が 100mm × 100mm に形成されている。そして、支持角筒 19 内部に所定の大きさの吸収体が載置されるようになっている。測定装置のその他の構成は、前記拡散吸収倍率の測定に用いる測定装置と同一である。

【0068】上記構成の測定装置を用いて吸収体の拡散吸収倍率を測定した。測定方法について以下に説明する。

【0069】まず、吸収体を 100mm × 100mm の大きさに形成した。また、所定の準備動作を行った。次に、ガラスフィルタ 6 上に濾紙 7 を載置し、この濾紙 7 上にシート 8 を、その開口部がガラスフィルタ 6 の中心部に位置するようにして載置した。次いで、シート 8 上に支持角筒 19 を、その中心部がガラスフィルタ 6 の中心部に一致するようにして載置した。

【0070】その後、支持角筒 19 内部、即ち、シート 8 上に吸収体を載置し、この吸収体上に重り 11 を載置した。尚、吸収体および重り 11 の載置動作は、素早く行った。

【0071】そして、シート 8 上に吸収体を載置した時点から、30分間、或いは、60分間にわたって吸収体が吸水した生理食塩水 12 の重量 W_1 (g) を、天秤 1 を用いて測定した。尚、図 6 に示すように、生理食塩水 12 は、シート 8 の開口部を通過した後、吸収体中を横方向にはほぼ均一に拡散しながら、吸収体に吸水された。

【0072】そして、上記の重量 W_1 から、次式、
吸収体の拡散吸収倍率 (g/g) = 重量 W_1 (g) / 吸収体の重量 (g)

に従って、吸水開始から 30分後、或いは、60分後の、吸収体の拡散吸収倍率 (g/g) を算出した。

【0073】〔実施例 1〕単量体としてのアクリル酸ナトリウム (中和率 65 モル %) の 30 重量 % 水溶液 5500 g に、架橋剤としてのポリエチレングリコールジアクリレート (エチレンオキシドの平均付加モル数 8) 18.49 g を溶解させて反応液とした。次に、この反応液を窒素ガス雰囲気下で 30 分間脱気した。次いで、シグマ型羽根を 2 本有する内容積 10 L のジャケット付きステンレス製双腕型ニーダーに蓋を付けて形成した反応器に、上記反応液を供給し、反応液を 30℃ に保ちながら系を窒素ガス置換した。続いて、反応液を攪拌しながら、過硫酸アンモニウム 2.3 g および L-アスコルビン酸 0.12 g を添加したところ、凡そ 1 分後に重合が開始した。そして、30℃ ~ 80℃ で重合を行い、重合を開始して 60 分後に含水ゲル状重合体を取り出した。

【0074】得られた含水ゲル状重合体は、その径が約 5 mm に細分化されていた。この細分化された含水ゲル状重合体を 50 メッシュの金網上に広げ、150℃ で 90 分間熱

風乾燥した。次いで、乾燥物を振動ミルを用いて粉碎し、さらに 20 メッシュの金網で分級することにより、平均粒径が 360 μm で、しかも、粒径が 106 μm 未満の粒子の割合が 5 重量 % の不定形破砕状の吸水性樹脂前駆体を得た。

【0075】得られた吸水性樹脂前駆体 100 重量部に、第一表面架橋剤としてのグリセリン (SP 値: $\delta = 16.5$ (cal/cm³)^{1/2}) 1 重量部と、第二表面架橋剤としてのエチレングリコールジグリシジルエーテル (SP 値: $\delta = 10.2$ (cal/cm³)^{1/2}) 0.05 重量部と、水 3 重量部と、エチルアルコール 1 重量部とからなる表面架橋剤を混合した。上記の混合物を 195℃ で 40 分間加熱処理することにより、吸水性樹脂を得た。得られた吸水性樹脂の平均粒径は 360 μm であり、粒径が 106 μm 未満の粒子の割合は 5 重量 % であった。この吸水性樹脂の吸水倍率および拡散吸収倍率 (以下、単に結果と記す) を表 1 に合わせて記載した。

【0076】〔実施例 2〕アクリル酸ナトリウム (中和率 75 モル %) の 39 重量 % 水溶液 5500 g に、架橋剤としてのトリメチロールプロパントリアクリレート 3.59 g を溶解させて反応液とした。次に、この反応液を窒素ガス雰囲気下で 30 分間脱気した。次いで、実施例 1 の反応器と同様の反応器に、上記反応液を供給し、反応液を 30℃ に保ちながら系を窒素ガス置換した。続いて、反応液を攪拌しながら、過硫酸アンモニウム 2.4 g および L-アスコルビン酸 0.12 g を添加したところ、凡そ 1 分後に重合が開始した。そして、30℃ ~ 80℃ で重合を行い、重合を開始して 60 分後に含水ゲル状重合体を取り出した。

【0077】得られた含水ゲル状重合体は、その径が約 5 mm に細分化されていた。この細分化された含水ゲル状重合体を 50 メッシュの金網上に広げ、150℃ で 90 分間熱風乾燥した。次いで、乾燥物を振動ミルを用いて粉碎し、さらに 20 メッシュの金網で分級することにより、平均粒径が 400 μm で、しかも、粒径が 106 μm 未満の粒子の割合が 5 重量 % の不定形破砕状の吸水性樹脂前駆体を得た。

【0078】得られた吸水性樹脂前駆体 100 重量部に、第一表面架橋剤としてのエチレングリコール (SP 値: $\delta = 14.6$ (cal/cm³)^{1/2}) 0.5 重量部と、第二表面架橋剤としてのグリセロールポリグリシジルエーテル (SP 値: $\delta = 10.8$ (cal/cm³)^{1/2}) 0.1 重量部と、水 3 重量部と、エチルアルコール 1 重量部とからなる表面架橋剤を混合した。上記の混合物を 195℃ で 40 分間加熱処理することにより、吸水性樹脂を得た。得られた吸水性樹脂の平均粒径は 400 μm であり、粒径が 106 μm 未満の粒子の割合は 3 重量 % であった。この吸水性樹脂の結果を表 1 に合わせて記載した。

【0079】〔実施例 3〕アクリル酸ナトリウムの 20 重量 % 水溶液 5500 g に、架橋剤としての N, N'-メチレンビスアクリルアミド 2.35 g を溶解させて反応液とし

10

20

30

40

50

た。次に、この反応液を窒素ガス雰囲気下で30分間脱気した。次いで、実施例1の反応器と同様の反応器に、上記反応液を供給し、反応液を30℃に保ちながら系を窒素ガス置換した。続いて、反応液を攪拌しながら、過硫酸アンモニウム 1.5 g および L-アスコルビン酸 0.07 g を添加したところ、凡そ1分後に重合が開始した。そして、30℃～80℃で重合を行い、重合を開始して60分後に、中和剤である炭酸ナトリウム 606.7 g をさらに加えて攪拌した後、含水ゲル状重合体を取り出した。

【0080】得られた含水ゲル状重合体は中和率が75モル%であり、その径が約5mmに細分化されていた。この細分化された含水ゲル状重合体を50メッシュの金網上に広げ、150℃で90分間熱風乾燥した。次いで、乾燥物を振動ミルを用いて粉碎し、さらに20メッシュの金網で分級することにより、平均粒径が390 μ mで、しかも、粒径が106 μ m未満の粒子の割合が4重量%の不定形破碎状の吸水性樹脂前駆体を得た。

【0081】得られた吸水性樹脂前駆体 100重量部に、第一表面架橋剤としてのプロピレングリコール (SP値： $\delta=12.6(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$) 0.75重量部と、第二表面架橋剤としてのプロピレングリコールジグリシジルエーテル (SP値： $\delta=10.1(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$) 0.05重量部と、水3重量部と、エチルアルコール0.75重量部とからなる表面架橋剤を混合した。上記の混合物を195℃で40分間加熱処理することにより、吸水性樹脂を得た。得られた吸水性樹脂の平均粒径は390 μ mであり、粒径が106 μ m未満の粒子の割合は3重量%であった。この吸水性樹脂の結果を表1に合わせて記載した。

【0082】〔比較例1〕アクリル酸ナトリウム (中和率75モル%) の39重量%水溶液5500 g に、架橋剤としてのトリメチロールプロパントリアクリレート7.18 g を溶解させて反応液とした。次に、この反応液を窒素ガス雰囲気下で30分間脱気した。次いで、実施例1の反応器と同様の反応器に、上記反応液を供給し、反応液を30℃に保ちながら系を窒素ガス置換した。続いて、反応液を攪拌しながら、過硫酸ナトリウム 5.0 g および L-アスコルビン酸 0.25 g を添加したところ、凡そ1分後に重合が開始した。そして、30℃～80℃で重合を行い、重合を開始して60分後に含水ゲル状重合体を取り出した。

【0083】得られた含水ゲル状重合体は、その径が約

5mmに細分化されていた。この細分化された含水ゲル状重合体を50メッシュの金網上に広げ、150℃で90分間熱風乾燥した。次いで、乾燥物を振動ミルを用いて粉碎し、さらに20メッシュの金網で分級することにより、平均粒径が360 μ mで、しかも、粒径が106 μ m未満の粒子の割合が5重量%の不定形破碎状の比較用吸水性樹脂を得た。得られた比較用吸水性樹脂の結果を表1に合わせて記載した。

【0084】〔比較例2〕比較例1におけるトリメチロールプロパントリアクリレートに代えて、架橋剤としてのN, N'-メチレンビスアクリルアミド 18.67 g を用いた以外は、比較例1と同様の反応および操作を行い、平均粒径が400 μ mで、しかも、粒径が106 μ m未満の粒子の割合が3重量%の不定形破碎状の比較用吸水性樹脂を得た。得られた比較用吸水性樹脂の結果を表1に合わせて記載した。

【0085】〔比較例3〕部分的に中和および架橋されたアクリル酸重合体 (商品名：アクアリックCA・W4；株式会社日本触媒製) を比較用吸水性樹脂とした。得られた結果を表1に合わせて記載した。

【0086】〔比較例4〕部分的に中和および架橋された澱粉-アクリル酸グラフト重合体 (商品名：サンウエットIM3900P；ヘキストセラニーズ株式会社製) を比較用吸水性樹脂とした。得られた結果を表1に合わせて記載した。

【0087】〔比較例5〕部分的に中和および架橋されたアクリル酸重合体 (商品名：ダイヤウエットUS2-45Z；三菱油化株式会社製) を比較用吸水性樹脂とした。得られた結果を表1に合わせて記載した。

【0088】〔比較例6〕部分的に中和および架橋されたアクリル酸重合体 (商品名：アクアキープSA-60；住友精化株式会社製) を比較用吸水性樹脂とした。得られた結果を表1に合わせて記載した。

【0089】〔比較例7〕株式会社ユニチャーム製のマミーポコ (商品名) と称する紙オムツから吸水性樹脂を取り出し、これを比較用吸水性樹脂とした。得られた結果を表1に合わせて記載した。

【0090】

【表1】

	吸水倍率 (g/g)	拡散吸収倍率 (g/g)		
		20分後	30分後	60分後
実施例 1	3.1	20.8	28.6	31.3
実施例 2	3.0	22.5	27.9	30.1
実施例 3	3.8	16.0	24.0	33.9
比較例 1	3.1	3.6	5.9	11.7
比較例 2	1.8	10.1	16.7	21.1
比較例 3	4.0	20.3	22.1	23.1
比較例 4	3.3	4.2	6.5	11.7
比較例 5	3.7	6.9	9.7	12.2
比較例 6	3.9	9.6	13.9	21.1
比較例 7	3.2	3.7	5.7	9.1

【0091】〔実施例 4〕実施例 1 で得られた吸水性樹脂 45 重量部と、親水性繊維としての木材粉砕パルプ 55 重量部とを、ミキサーを用いて乾式混合した。得られた混合物を 100mm×100mm の大きさのウェブに成形した後、このウェブを圧力 2 kg/cm² で 1 分間プレスすることにより、坪量が約 0.050 g/cm² の吸収体を得た。得られた吸収体の拡散吸収倍率（以下、単に結果と記す）を表 2 に合わせて記載した。

【0092】〔実施例 5〕実施例 1 で得られた吸水性樹脂 50 重量部と、木材粉砕パルプ 50 重量部とを、ミキサーを用いて乾式混合した。得られた混合物を 100mm×100mm の大きさのウェブに成形した後、このウェブを圧力 2 kg/cm² で 1 分間プレスすることにより、坪量が約 0.047 g/cm² の吸収体を得た。得られた吸収体の結果を表 2 に合わせて記載した。

【0093】〔実施例 6〕実施例 1 で得られた吸水性樹脂 60 重量部と、木材粉砕パルプ 40 重量部とを、ミキサーを用いて乾式混合した。得られた混合物を 100mm×100mm の大きさのウェブに成形した後、このウェブを圧力 2 kg/cm² で 1 分間プレスすることにより、坪量が約 0.041 g/cm² の吸収体を得た。得られた吸収体の結果を表 2 に合わせて記載した。

【0094】〔実施例 7〕実施例 1 で得られた吸水性樹脂 75 重量部と、木材粉砕パルプ 25 重量部とを、ミキサーを用いて乾式混合した。得られた混合物を 100mm×100mm の大きさのウェブに成形した後、このウェブを圧力 2 kg/cm² で 1 分間プレスすることにより、坪量が約 0.035 g/cm² の吸収体を得た。得られた吸収体の結果を表 2 に合わせて記載した。

【0095】〔実施例 8・9〕実施例 7 において、実施例 1 で得られた吸水性樹脂に代えて、実施例 2・実施例 3 で得られた吸水性樹脂をそれぞれ順に用いた以外は、実施例 7 と同様にして吸収体を得た。得られた吸収体の結果を表 2 に合わせて記載した。

【0096】〔比較例 8〕実施例 4 において、実施例 1 で得られた吸水性樹脂に代えて、比較例 1 で得られた比較用吸水性樹脂を用いた以外は、実施例 4 と同様にして比較用吸収体を得た。得られた比較用吸収体の結果を表 2 に合わせて記載した。

【0097】〔比較例 9〕実施例 5 において、実施例 1 で得られた吸水性樹脂に代えて、比較例 1 で得られた比較用吸水性樹脂を用いた以外は、実施例 5 と同様にして比較用吸収体を得た。得られた比較用吸収体の結果を表 2 に合わせて記載した。

【0098】〔比較例 10〕実施例 6 において、実施例 1 で得られた吸水性樹脂に代えて、比較例 1 で得られた比較用吸水性樹脂を用いた以外は、実施例 6 と同様にして比較用吸収体を得た。得られた比較用吸収体の結果を表 2 に合わせて記載した。

【0099】〔比較例 11～17〕実施例 7 において、実施例 1 で得られた吸水性樹脂に代えて、比較例 1～比較例 7 で得られた比較用吸水性樹脂をそれぞれ順に用いた以外は、実施例 7 と同様にして比較用吸収体を得た。得られた比較用吸収体の結果を表 2 に合わせて記載した。

【0100】

【表 2】

	吸収体の拡散吸収倍率 (g/g)	
	30分後	60分後
実施例 4	19.4	19.7
実施例 5	19.5	20.1
実施例 6	19.3	22.2
実施例 7	19.1	24.3
実施例 8	19.4	23.1
実施例 9	17.9	25.6
比較例 8	17.6	18.5
比較例 9	10.1	15.1
比較例 10	9.6	14.2
比較例 11	7.3	10.4
比較例 12	13.0	16.9
比較例 13	16.0	18.3
比較例 14	7.4	10.7
比較例 15	9.1	10.7
比較例 16	11.5	15.8
比較例 17	6.8	8.6

【0101】〔実施例10〕実施例1で得られた吸水性樹脂50重量部と、木材粉碎パルプ50重量部とを、ミキサを用いて乾式混合した。次いで、得られた混合物を、400メッシュ（目の大きさ $38\mu\text{m}$ ）に形成されたワイヤースクリーン上にバッチ型空気抄造装置を用いて空気抄造することにより、 $120\text{mm}\times 400\text{mm}$ の大きさのウェブに成形した。さらに、このウェブを圧力 $2\text{kg}/\text{cm}^2$ で5秒間

プレスすることにより、坪量が約 $0.047\text{g}/\text{cm}^2$ の吸収体を得た。

【0102】続いて、液不透過性のポリプロピレンからなり、いわゆるレグギャザーを有するバックシート（液不透過性シート）、上記の吸収体、および、液透過性のポリプロピレンからなるトップシート（液透過性シート）を、両面テープを用いてこの順に互いに貼着すると共に、この貼着物に2つのいわゆるテープファスナーを取り付けることにより、吸収性物品（つまり、紙オムツ）を得た。この吸収性物品の重量は46gであった。

【0103】上記の吸収性物品を、いわゆるキューピー人形（体長55cm、重量5kg）に装着し、該人形をうつ伏せ状態にした後、吸収性物品と人形との間にチューブを差込み、人体において排尿を行う位置に相当する位置に、1回当たり50mlの生理食塩水を、20分間隔で順次注入した。そして、注入した生理食塩水が吸収性物品に吸収されなくなって漏れ出した時点で、上記の注入動作を終了し、このときまでに注入した生理食塩水の量を測定した。

【0104】そして、上記の測定を4回繰り返した後、

得られた測定値の平均を求め、この値を吸収量とした。その結果、該吸収量は 250g であった。

【0105】〔比較例18〕実施例10において、実施例1で得られた吸水性樹脂に代えて、比較例1で得られた比較用吸水性樹脂を用いた以外は、実施例10と同様にして比較用吸収性物品を得た。この比較用吸収性物品の重量は46gであった。

【0106】上記の比較用吸収性物品を用いて、実施例10と同様の測定を4回繰り返した後、得られた測定値の平均を求め、この値を吸収量とした。その結果、該吸収量は 225g であった。

【0107】表1・表2に記載された結果から明らかなように、本発明の吸水性樹脂および吸収体は、拡散吸収倍率が高く、しかも、非常に高い液拡散性を備えている。つまり、本発明の吸水性樹脂および吸収体の吸水特性と、比較用の吸水性樹脂および吸収体の吸水特性との差は、特に、吸収体における樹脂濃度が高くなるにつれて大きくなっていることがわかる。また、実施例10および比較例18に記載された結果から明らかなように、本発明の吸収性物品は、比較用吸収性物品よりも、非常に高い吸収量（吸水量）を保持する等の優れた性能（吸水特性）を示すことがわかる。

【0108】

【発明の効果】上記の吸水性樹脂は、非常に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能（吸水特性）を示すことができる。また、上記の吸収体は、吸水性樹脂の使用量が多い場合や、吸収体における樹脂濃度が高い場合においても、非常に高い液拡散性および吸水量を保持する等の優れた性能を示すことができるという効果を奏する。上記の吸収体は、例えば、高機能化かつ薄型化が望まれている紙オムツや生理用ナプキン、いわゆる失禁パット等の衛生材料等の吸収性物品に特に好適に用いることができる。これにより、上述した優れた性能を示す吸収性物品を提供することができるという効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明における吸水性樹脂が示す性能の一つである拡散吸収倍率の測定に用いる測定装置の概略の断面図である。

【図2】上記測定装置の要部の断面図である。

【図3】上記測定装置において、生理食塩水の拡散方向を説明する説明図である。

【図4】本発明における吸収体が示す性能の一つである拡散吸収倍率の測定に用いる測定装置の概略の断面図である。

【図5】図4の測定装置の要部の断面図である。

【図6】図4の測定装置において、生理食塩水の拡散方向を説明する説明図である。

【符号の説明】

1 天秤

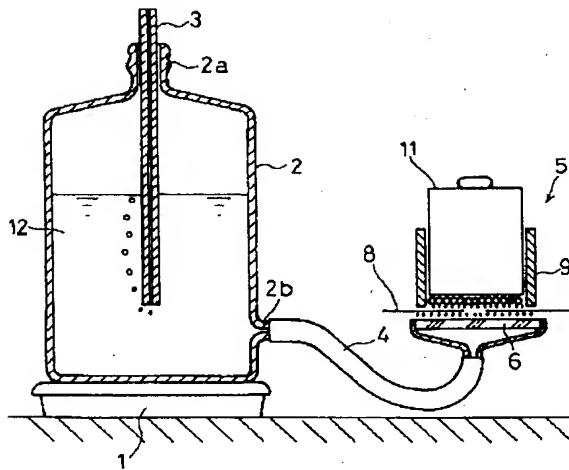
23

24

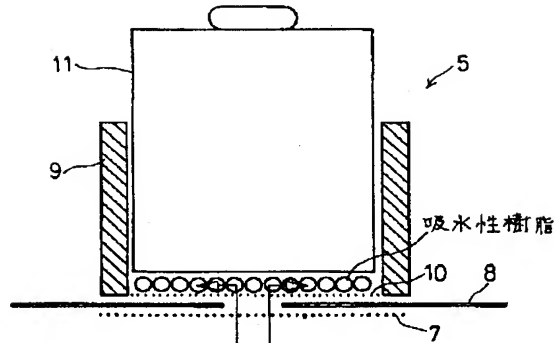
- 2 容器
3 外気吸入パイプ
4 導管
5 測定部
6 ガラスフィルタ
7 濾紙
8 シート

- 9 支持円筒
10 金網
11 重り
12 生理食塩水
15 測定部
19 支持角筒

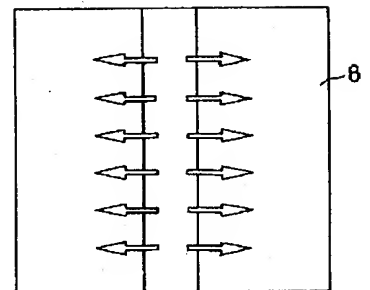
【図 1】



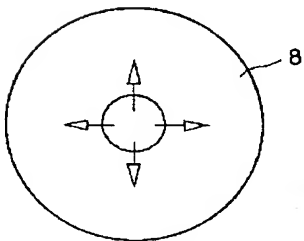
【図 2】



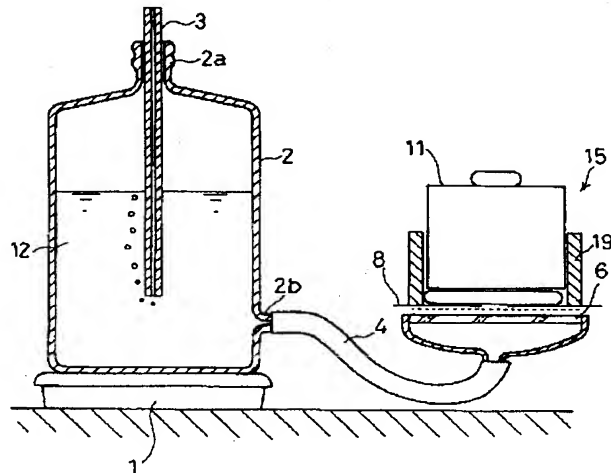
【図 6】



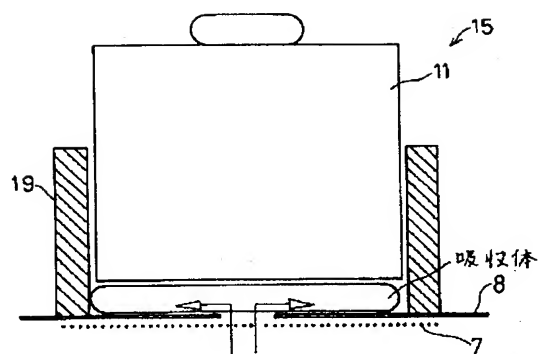
【図 3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

B 0 1 J 20/24
20/28

B
Z

(72) 発明者 増田 善彦

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒高分子研究所内